

В. Л. Смирнов, А. С. Юровских*

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,
г. Екатеринбург

**a.s.yurovskih@urfu.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *А. С. Юровских*

ИСКРОВОЕ ПЛАЗМЕННОЕ СПЕКАНИЕ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ СИСТЕМЫ Fe–N

В работе оценено влияние параметров искрового плазменного спекания на структуру и свойства порошкового материала системы Fe–N.

Ключевые слова: искровое плазменное спекание, азотирование, нитриды, порошковые материалы.

V. L. Smirnov, A. S. Yurovskih

SPARK PLASMA SINTERING OF FE-N POWDERS

The effect of spark plasma sintering parameters on the structure and properties of the Fe–N system powder material evaluated in this work.

Keywords: spark plasma sintering, nitrides, powder materials.

Система Fe–N имеет важное практическое значение в связи с широким промышленным применением азотирования как поверхностной упрочняющей обработки. Введение азота в материал приводит к значительному повышению механических свойств и коррозионной стойкости. Кроме того, азот не является дефицитным легирующим элементом, его добыча не требует развития недр и не наносит вред окружающей среде. В последние десятилетия мотивацией к исследованию фазового равновесия в системе Fe–N является в основном перспектива применения высокоазотистых фаз железа как магнитных материалов.

На сегодняшний момент достоверно известно о возможности образования десяти фаз в системе Fe–N. Из них только три без учета расплава считаются стабильными (α -, γ - и δ -фазы). Мартенситные фазы и нитриды относятся к метастабильным состояниям системы. Поэтому для высокоазотистых фаз железа наиболее актуальными являются вопросы синтеза в гомогенном состоянии и термической стабильности. Одним из перспективных направлений можно считать синтез высокоазотистых материалов на основе железа методом искрового плазменного спекания (ИПС, SPS).

Технология искрового плазменного спекания (ИПС) – современная перспективная технология консолидации порошковых материалов. Метод

основан на пропускании через спекаемый материал мощных прямоугольных импульсов постоянного тока, что, помимо резистивного нагрева, приводит к активации поверхности порошка вследствие образования в зазорах искровой плазмы. ИПС – сложный многофакторный процесс, изучение которого находится в начальной стадии. В последних литературных обзорах отмечено, что многие процессы, протекающие при электроимпульсном плазменном спекании, еще недостаточно ясны [1].

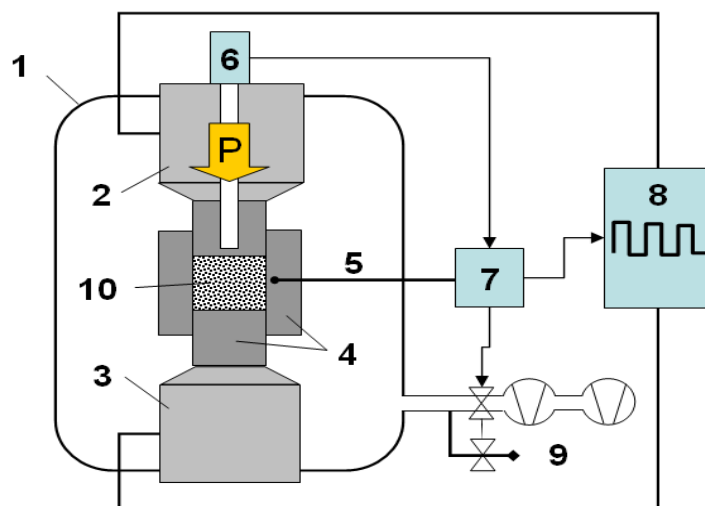


Рис. 1 Схема установки ИПС:

1 – рабочая камера, 2 – верхний (подвижный) пуансон, 3 – нижний пуансон,
4 – графитовая оснастка, 5 – термопара, 6 – пирометр, 7 – контроллер системы,
8 – генератор импульсов постоянного тока, 9 – модули создания печной атмосферы,
10 – спекаемый материал

В основе физического описания ИПС лежит классическая теория спекания, однако целый ряд аспектов, связанных с тем, что при высокоскоростном нагреве процесс спекания осуществляется в существенно неравновесных и нестационарных условиях, не удастся описать на основе классической теории спекания [2].

К основным преимуществам технологии ИПС относятся:

- равномерное распределение тепла по образцу;
- высокая плотность и контролируемая пористость;
- предварительная обработка давлением и связующие не требуются;
- равномерное спекание однородных и разнородных материалов;
- короткое время рабочего цикла;
- минимальный рост зерна и влияние на микроструктуру.

Возможность проводить консолидацию материала за короткое время при относительно низких температурах является решающим преимуществом технологии при работе с термически нестабильными нитридами железа, гарантирующими сохранение азота в материале и жесткий контроль над ростом зерна.

В соответствии с вышесказанным целью настоящей работы являлось изучение влияния энергетических параметров ИПС на структуру и состав порошкового материала Fe–N. Исходным сырьем служил восстановленный до практически чистого железа порошок дробленого чугуна с развитой поверхностью, подвергнутый азотированию в виброкипящем слое в среде диссоциированного аммиака по режимам: $t_{\text{азот}} = 550\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 час и $t_{\text{азот}} = 610\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 часа (рис. 1).

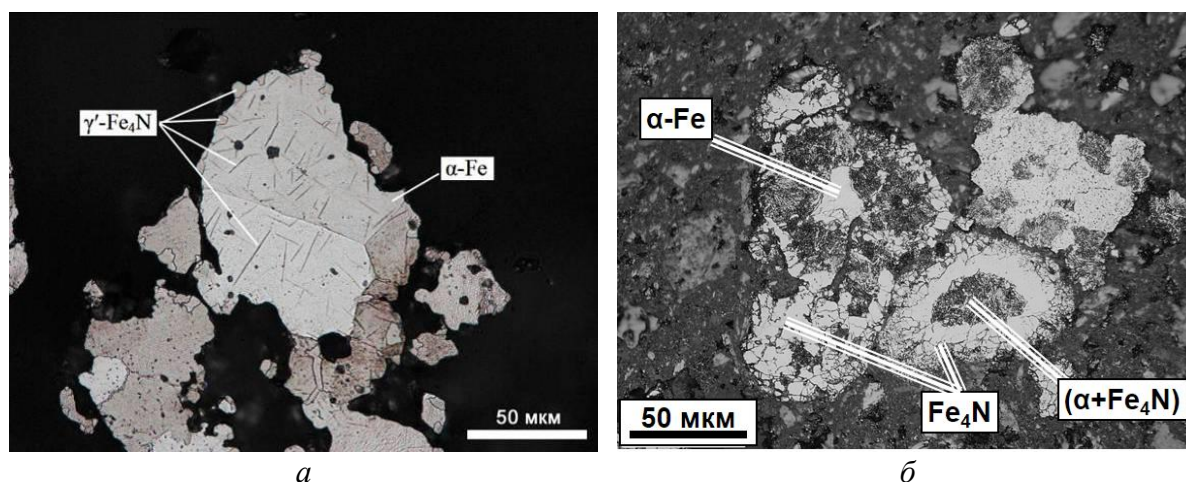
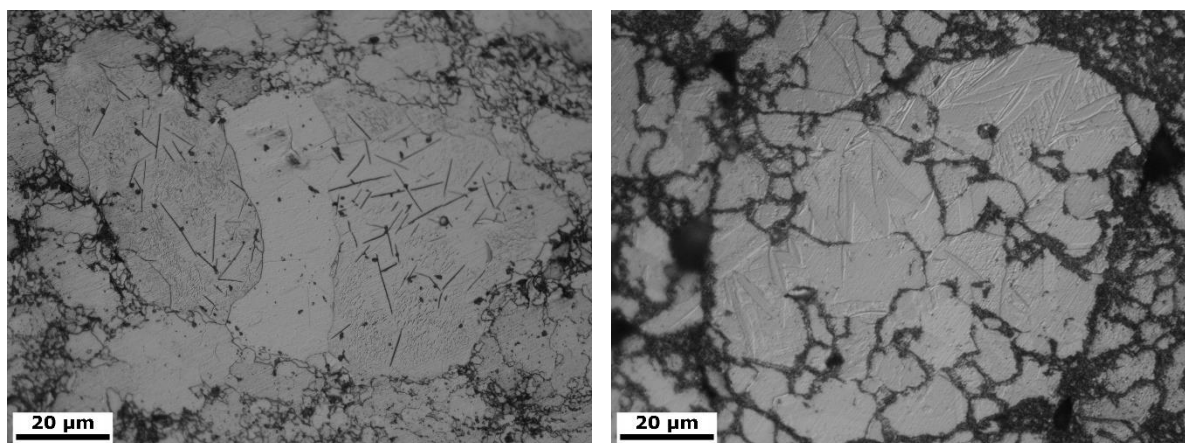


Рис. 1. Микроструктура азотированных частиц: 550 °С, 1 час (а); 610 °С, 3 часа (б)

Спекание полученных азотированных порошков проводилось на установке HP D 25 (FCT Systeme GmbH, Германия). Во всех случаях температура спекания составляла 700 °С при продолжительности 1 час. Указанный режим выбран на основе предыдущих исследований как обеспечивающий оптимальные параметры пористости и содержания азота в материале [xx]. Варьируемым параметром являлся коэффициент заполнения – отношение длительности импульсов тока к периоду их следования; использовались значения 25, 50, 75 и 100 %.

Проведенные исследования не выявили существенного изменения структуры и фазового состава спеченного материала для порошка 550 °С, 1 час (рис. 2, а), основными фазами являются феррит и игольчатые выделения γ' -Fe₄N. Для порошка 610 °С, 3 часа (рис. 2, б): в структуре спеченного материала присутствует линзовидный азотистый мартенсит, метастабильный азотистый аустенит, феррит и зоны распада ($\alpha + \gamma'$) преимущественно по границам зерен.

Данные по фазовому составу спеченных образцов и содержанию азота сведены в табл. 1; данные по пористости и твердости образцов представлены в табл. 2.



a

б

Рис. 2. Микроструктура спеченных порошков (коэффициент заполнения 100 %):
550 °С, 1 час (*a*); 610 °С, 3 часа (*б*)

Таблица 1

Фазовый состав спеченных образцов

D, %	Фаза	550°С, 1 час		610°С, 3 часа	
		Доля (вес. %)	N, вес.%*	Доля (вес. %)	N, вес.%*
100	α -Fe	86	1 (0,7)	38	3 (2,7)
	γ - Fe	10		37	
	γ' - Fe ₄ N	4		25	
75	α -Fe	87	1 (0,6)	36	3 (2,8)
	γ - Fe	9		37	
	γ' - Fe ₄ N	4		27	
50	α -Fe	88	1 (0,5)	36	3 (2,8)
	γ - Fe	7		38	
	Fe ₄ N	5		26	
25	α -Fe	87	1 (0,6)	47	2 (1,8)
	γ - Fe	9		19	
	γ' - Fe ₄ N	4		34	

* содержание N: по данным МРСА (по пересчету из доли фаз)

Таблица 2

Свойства спеченных образцов

D, %	550 °С, 1 час		610 °С, 3 часа	
	Пористость, %	НВ	Пористость, %	НВ
100	1,7	131	6,5	363
75	2,3	156	5,6	313
50	2,6	149	5,2	321
25	2,9	143	5,4	297

Обобщение полученных данных показывает, что изменение коэффициента заполнения не оказывает существенного влияния на структуру и свойства спеченного материала, особенно в случае

низкоазотистых порошков (550 °С, 1 час). Для высокоазотистого сырья (порошок 610 °С, 3 часа) при снижении коэффициента заполнения (и, следовательно, повышении энергии каждого отдельного импульса) наблюдается снижение доли метастабильного аустенита и его распад на α - и γ' - фазы. В целом влияние рассмотренного параметра для металлических порошков незначительно; разработка и оптимизация режимов искрового плазменного спекания требует рассмотрения других характеристик, в первую очередь, частоты следования импульсов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Теория и практика электроимпульсного спекания пористых порошковых материалов / К. Е.Белявин [и др.] // Минск : Ремико, 1997. 180 с.
2. Гегузин Я. Е. Физика спекания. М. : Наука, 1984. 312 с.
3. Юровских А. С., Кардонина Н. И., Колпаков А. С. Фазовые превращения в азотированных порошках железа // Металловедение и термическая обработка металлов. 2015. № 8 (722). С. 59–66.